

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-096705

(43)Date of publication of application : 14.04.1998

(51)Int.Cl.

G01N 25/72  
// C04B 35/83

(21)Application number : 08-273038

(71)Applicant : TOKAI CARBON CO LTD

(22)Date of filing : 24.09.1996

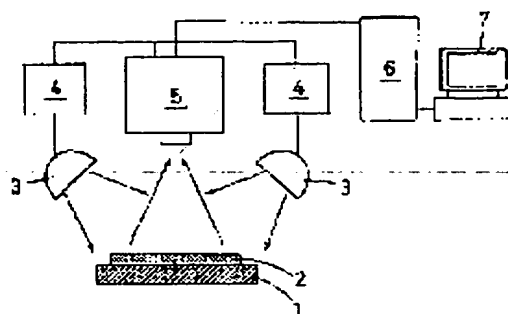
(72)Inventor : YASHIKIDA REIKO  
SUGANUMA ETSURO

## (54) NON-DESTRUCTIVE EXAMINATION METHOD FOR CARBON FIBER REINFORCED CARBON COMPOSITE MATERIAL

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To detect efficiently and accurately defects in the carbon fiber reinforced carbon (C/C) composite material, by radiating heat ray on the surface of C/C complex, by entering thermal radiation energy from the surface as image using an infrared thermo-graphic device, and by measuring time-dependent variation in the surface temperature distribution.

SOLUTION: C/C composite material 2 to be inspected is placed on a sample table 1, and power supply 4 for lamp causes two flash lamps 3 to radiate high power heat ray on the surface of C/C composite material 2. Radiation energy generating from the C/C complex, being synchronized with the heat ray radiation, is entered into an infrared thermo-graphic device and entered at higher rate into a central processing unit (CPU) 6 as thermal image data. CPU 6 regenerates the input image, shows time-sequence information on surface temperature distribution of the C/C composite material 2, determines its time dependence, and detects defects such as crack, separation, or hole in the complex 2.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 24.12.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-96705

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月14日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 25/72

G 0 1 N 25/72

Y

// C 0 4 B 35/83

C 0 4 B 35/52

E

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平8-273038

(22) 出願日

平成8年(1996) 9月24日

(71) 出願人 000219576

東海カーボン株式会社

東京都港区北青山1丁目2番3号

(72) 発明者 屋敷田 励子

東京都港区北青山一丁目2番3号 東海カーボン株式会社内

(72) 発明者 菅沼 悦郎

東京都港区北青山一丁目2番3号 東海カーボン株式会社内

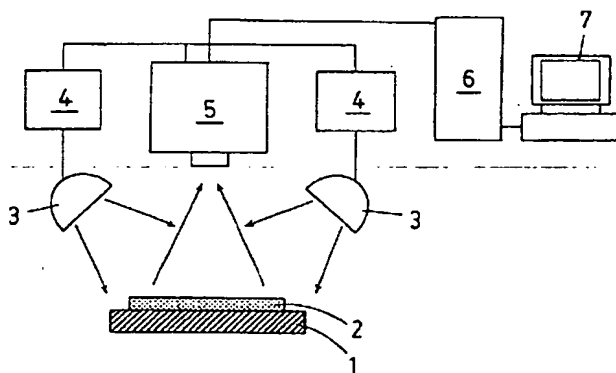
(74) 代理人 弁理士 福田 保夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 炭素繊維強化炭素複合材の非破壊検査法

(57) 【要約】

【課題】 熱的非定常時におけるC/C複合材表面の温度分布の時間変化を測定することにより、C/C複合材内部の亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位を高精度で能率的に検出することのできるC/C複合材の非破壊検査法を提供する。

【解決手段】 C/C複合材にフラッシュランプの熱線を照射して瞬時に加熱したのち照射を止め、フラッシュランプの熱線照射に同期させて熱的非定常時におけるC/C複合材表面からの熱放射エネルギーを赤外線サーモグラフ装置により画像入力し、入力画像を再生して表面温度分布の時間変化を測定することによりC/C複合材内部の欠陥部位を検出する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素繊維強化炭素複合材の表面にフラッシュランプの熱線を照射して瞬時に加熱したのち照射を止め、フラッシュランプの熱線照射に同期させて熱的非定常時における炭素繊維強化炭素複合材表面からの熱放射エネルギーを赤外線サーモグラフ装置により画像入力し、入力画像を再生して表面温度分布の時間変化を測定することにより欠陥部位を検出することを特徴とする炭素繊維強化炭素複合材の非破壊検査法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、炭素繊維強化炭素複合材（以下、「C/C複合材」という。）の内部における亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位を高精度で能率的に検出することのできるC/C複合材の非破壊検査法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】炭素繊維をマトリックス樹脂とともに複合成形し、硬化および焼成炭化したC/C複合材は、高い比強度や比弾性率を有し、また1000℃を越える高温域においても優れた耐熱性および化学的安定性を備えているため、航空宇宙用をはじめ高温過酷な条件で使用される構造材料として有用されている。

【0003】C/C複合材の強化材となる炭素繊維には、ポリアクリロニトリル系、レーヨン系、ピッチ系などの各種原料から製造された平織、朱子織、綾織などの織布を一次元または多次元方向に配向した繊維体、フェルト、トウなどが使用され、マトリックス樹脂としてはフェノール系、フラン系など高炭化性の液状熱硬化性樹脂、タールピッチのような熱可塑性物質が用いられる。炭素繊維は、含浸、塗布などの手段によりマトリックス樹脂で十分に濡らしたのち半硬化してプリプレグを作成し、このプリプレグを積層、加圧して複合成形したのち、100～250℃の温度に加熱して樹脂成分を完全に硬化する。得られた炭素繊維-樹脂複合硬化成形体を、窒素、アルゴンなどの非酸化性雰囲気中で1000℃以上の温度に加熱して焼成炭化することによりC/C複合材が製造される。

【0004】このようにして製造されるC/C複合材は、製造時の各熱処理過程において、例えばマトリックス樹脂中の低沸点成分や縮合水などのガス状成分が残留して空孔が形成されたり、マトリックス樹脂の炭化物が炭素繊維から剥離したり、積層された炭素繊維の間に亀裂などの欠陥部位が発生する難点がある。

【0005】一般に、炭素材の材質欠陥部位を検出する非破壊検査法として、打音の変化によるコインタッピング法や超音波の反射音の変化による超音波法がある。しかしながら、コインタッピング法は聴覚によるものであり、経験や勘に左右される要素が大きいため客観的な検査データを得ることが難しく、また検査に要する時間や

労力が増大する欠点がある。更に、C/C複合材の製造過程にある、例えば初期焼成品では多孔質で強度が低いためにコインタッピング法によると打音が吸収されて音の変化を感知しにくく、また破壊するおそれもある。一方、超音波法は検査対象とする面積が小さいので測定能率が低くなり、またC/C複合材の初期焼成品では多孔質なため超音波の減衰が非常に大きいため正確に検出することができない難点がある。更に、C/C複合材の表面近傍にある欠陥については検出が不可能となる問題もある。したがって、これらの検査方法ではC/C複合材の欠陥部位を検出する非破壊検査に適用することは困難である。

【0006】近時、各種物質の表面温度や表面温度分布を赤外線サーモグラフ装置を用いて測定する技術が開発され、広く利用されている。その応用技術の一つに、物質内部の熱的特性の相違に基づいて現れる表面温度分布の変化を利用して物質内部における性状の差異を検出する方法があり、各種材料内部の材質異常部を非破壊的に検出する手段として活用されつつある。

【0007】しかしながら、赤外線サーモグラフ装置による温度測定は被測定材料表面の放射率によって測定誤差を生じる欠点があり、高放射率の塗料を被測定材料表面に塗布したり被測定材料表面を粗面化するなどの処理が必要とされている。そこで、このような欠点を解消するために、例えば特開平7-35620号公報には、赤外線サーモグラフ装置を用いて被測定物の表面温度分布を測定し、該表面温度分布から被測定物内部の欠陥を検出する非破壊検査方法において、赤外線センサーと被測定物との間に、0.2以上の放射率をもつ材料から成る高放射率層と、赤外線透過材料から成る層である透過層とを、前記高放射率層が被測定物側に位置し前記透過層が赤外線センサー側に位置するように配して、さらに赤外線サーモグラフ装置の検出波長帯域内にある前記赤外線透過層の赤外線の特長吸収波長を含む波長帯域を除去するバンドカットフィルターを透過層と赤外線サーモグラフ装置の赤外線センサー間に配設し、これらの層を通して、被測定物の表面温度分布を測定し、欠陥を検出することを特徴とする非破壊検査方法が提案されている。

【0008】また、本出願人は、高放射率の網状体を被測定材料面に圧接して、その上方からフラッシュランプにより熱線を照射し瞬時に加熱したのち照射を止め、次いで赤外線サーモグラフ装置を用いて被測定材料の表面温度分布を測定することにより被測定材料の材質欠陥部位を検知することを特徴とする材質欠陥部の非破壊検査法を開発し、特願平7-296061号として提案した。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、上記特願平7-296061号の技術を基に、材質的に高い放射率を有するC/C複合材を対象にして更に研究を進め

た結果、C/C複合材内部に存在する欠陥部位を的確かつ迅速に検出できる方法を見いだした。

【0010】本発明はこの知見に基づいて完成したもので、その目的はC/C複合材をはじめ、C/C複合材の製造過程にある炭素繊維—樹脂複合硬化成形体や中間焼成品などの中間製品も含めて、C/C複合材内部の亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位を能率的に、かつ精度よく検出することのできるC/C複合材の非破壊検査法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための本発明による炭素繊維強化炭素複合材の非破壊検査法は、C/C複合材の表面にフラッシュランプの熱線を照射して瞬時に加熱したのち照射を止め、フラッシュランプの熱線照射に同期させて熱的非定常時におけるC/C複合材表面からの熱放射エネルギーを赤外線サーモグラフ装置により画像入力し、入力画像を再生して表面温度分布の時間変化を測定することにより欠陥部位を検出することを構成上の特徴とする。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の非破壊検査法で対象とするC/C複合材には、C/C複合材ばかりではなく製造過程にある炭素繊維とマトリックス樹脂との複合硬化成形体、あるいは中間段階の焼成炭化品などにも適用することが可能である。

【0013】C/C複合材に熱的負荷を与えたのち、その表面温度分布を測定するとC/C複合材の内部に存在する亀裂、剥離、空孔などの欠陥部に起因してC/C複合材表面の温度分布に変化が生じる。例えば、C/C複合材の表面にフラッシュランプにより瞬間的にパルス状の熱線を照射して瞬時に表面を一様に加熱したのち照射を止めると、表面から入った熱がC/C複合材内部を伝達して裏面に到達し、やがて熱的に平衡状態になるまでの熱的非定常時において、内部に存在する欠陥部位により熱伝達速度が変化して、欠陥部位に対応した領域と正常な領域との表面温度が異なるために熱放射エネルギーに差異を生じる。

【0014】この熱的非定常時における表面温度分布の変化を熱画像として、フラッシュランプの熱線照射に同期させて赤外線サーモグラフ装置により演算処理装置(CPU)に高速で画像入力する。入力された熱画像を演算処理装置(CPU)で再生して画像表示装置に出力し、温度分布の時間変化を観察すれば欠陥部位の位置や大きさおよび形状などに対応して、広範囲に亘って欠陥部位を目視にて検出することができる。例えば、C/C複合材表面に対して瞬時に熱エネルギーを照射した場合、該表面近傍に亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位があると、冷却過程において欠陥部位に形成された空隙が表面から内部への熱伝達を遅延させるので、C/C複合材表面では欠陥部位に対応して相対的に高温度領域が形成

される。したがって、赤外CCD検知器を用いてC/C複合材表面の冷却過程での温度変化および温度分布を時系列に測定すると、欠陥部位に対応して相対的に高熱エネルギー放射領域を捉えることが可能となる時間帯が存在することとなる。このようにして、赤外CCD検知器の電気信号を画像処理装置を用いて処理を行うと欠陥部位を画像として検出することができ、フラッシュランプの熱線照射から欠陥部位の検出まで数十秒～1分程度の時間で、200×200mmの測定領域の検査が可能となる。

【0015】また、C/C複合材をはじめ、C/C複合材の製造過程にある炭素繊維とマトリックス樹脂との複合硬化成形体あるいは中間段階の焼成炭化品などの中間製品は、いずれも放射率が高いので精度よく表面温度分布を測定することができる。したがって、C/C複合材内部における亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位を高精度かつ能率的に検出することが可能となる。

【0016】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0017】実施例1～5、比較例1～3

図1は本発明の非破壊検査法に用いた装置を例示した全体構成図である。図1の装置において、試料台1の上には被検査材料であるC/C複合材2が載置され、試料台1の斜め上方には高出力のフラッシュランプ3が2個配置されており、ランプ用電源4により高出力で熱線がC/C複合材2の表面に照射される。フラッシュランプ3の熱線照射に同期させてC/C複合材2からの放射エネルギーが、試料台1の真上に配置された赤外線サーモグラフ装置5に入力され、演算処理装置6(CPU)に高速で熱画像データとして入力する。入力された熱画像を演算処理装置6(CPU)で再生し、画像表示装置7に熱画像が表示され、C/C複合材2の表面温度分布に関する時系列情報が画像表示される。

【0018】上記の装置を用いて、下記の方法により模式的な実験を行った。

C/C複合材(検査試料)の作製：ポリアクリロニトリル系の平織炭素繊維織布〔東邦レーヨン(株)製 W6101〕にフェノール樹脂初期縮合物〔住友デュレズ(株)製 PR940〕をマトリックス樹脂として炭素繊維の体積含有率が60%となるように塗布し、48時間風乾してプリプレグシートを作成した。このプリプレグシート16枚を積層してモールドに入れ、20Kg/cm<sup>2</sup>の圧力を掛けながら温度130℃で10時間、次いで温度250℃で3時間加熱加圧処理して硬化した。この炭素繊維—樹脂複合硬化成形体を窒素ガス雰囲気中に保持した焼成炉に入れ、20℃/hrの昇温速度で1000℃に加熱して焼成炭化した。更に、フルフリルアルコール初期縮合物を含浸し、再び焼成炉に移して50℃/hrの昇温速度で2000℃まで加熱して、縦横250mm、厚さ4mmのC/C

複合材を作製した。このようにして作製したC/C複合材の作製過程にある、炭素繊維-樹脂複合硬化成形体（試料A）、1000℃焼成品（試料B）、2000℃焼成品（試料C）について、予め所定の位置に疑似欠陥として空隙部を形成し、非破壊検査の対象試料とした。

【0019】この試料A～Cを図1の試料台1の上に載せ、フラッシュランプ3により一瞬熱線を照射して瞬時に60～70℃の温度に加熱した。その後、試料A～Cからの放射エネルギーを赤外線サーモグラフ装置5により演算処理装置6（CPU）に画像入力し、再生して画像表示装置7にその表面温度分布を画像表示して、その

時間変化を測定した。

【0020】このようにして得られた疑似欠陥部の検出結果を、下記の判定基準にしたがって判定し、その結果を検査に要した時間とともに表1に示した。また、比較のために同一の試料A～Cについて超音波法で疑似欠陥部の検出を行い、その結果も表1に併載した。

○…検出可

×…検出不可

【0021】

【表1】

例No.	検査試料	疑似欠陥		検査結果	検査時間
		位置	空隙部		
実施例1	A	表面下0.5mm	φ10mm×0.2mm	○	30分/㎡
実施例2	A	表面下2mm	φ10mm×0.2mm	○	30分/㎡
実施例3	B	表面下1mm	φ10mm×0.2mm	○	30分/㎡
実施例4	B	表面下2mm	φ10mm×0.2mm	○	30分/㎡
実施例5	C	表面下1.5mm	φ10mm×0.2mm	○	30分/㎡
比較例1	A	表面下2mm	φ10mm×0.2mm	○	5時間/㎡
比較例2	B	表面下2mm	φ10mm×0.2mm	×	5時間/㎡
比較例3	C	表面下1.5mm	φ10mm×0.2mm	○	5時間/㎡

【0022】表1の結果から、実施例ではいずれも疑似的に形成した欠陥部位を明確に検出することができ、また検査に要する時間も短く能率よく検査することが可能であり、更に、C/C複合材（試料C）のみでなく、その製造過程にある炭素繊維-樹脂複合硬化成形体（試料A）や中間焼成品（試料B）についても検出することができる。これに対して、比較例では検査に要する時間が長く、また試料Bでは明確に欠陥部位を検出することができなかった。

【0023】

【発明の効果】以上のとおり、本発明のC/C複合材の非破壊検査法によれば、C/C複合材表面に照射された熱線により瞬時に加熱されたC/C複合材表面からの熱エネルギーの放射過程にある熱的非定常時において、C/C複合材からの熱放射エネルギーを赤外線サーモグラフ装置により画像入力し、入力画像を再生して表面温度分布の時間変化を測定することによりC/C複合材内部にある亀裂、剥離、空孔などの欠陥部位を高精度で能率

的に検出することが可能である。更に、C/C複合材の製造過程にある中間製品やC/C複合材表面に耐酸化性の被膜や炭素質被膜を形成した場合についても非破壊で欠陥部位を検出可能であり、工程管理の検査法として極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るC/C複合材の欠陥部位を検出する非破壊検査法に用いられる装置を例示した全体構成図である。

【符号の説明】

- 1 試料台
- 2 C/C複合材
- 3 フラッシュランプ
- 4 ランプ用電源
- 5 赤外線サーモグラフ装置
- 6 演算処理装置（CPU）
- 7 画像表示装置

【図1】

